N° d'enregistrement au C.N.R.S.
AO. 12 662

ARTICLE PRINCIPAL

Recouvrant en partie
La THESE présentée
en vue de l'obtention
du grade de DOCTEUR ès SCIENCES

A L'Université PIERRE et MARIE CURIE
_ PARIS 6 _

Par

M. Abdelaziz ABDELHADI

Sujet de la Thèse :

Mécanismes structuraux et fragilisation des alliages Fer-Nickel en relation avec la transformation Martensitique en présence d'éléments interstitiels Carbone, Hydrogène.

Soutenue le ..... Juin 1976
Devant le Jury composé de :

M. TALBOT..... PRESIDENT
M. OUDAR..... RAPPORTEUR
M. BASTIEN
M. AZOU..... RAPPORTEUR
M. GALLAND
M. PLUSQUELLEC
M. AUCOUTURIER..... RAPPORTEUR

} EXAMINATEURS

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

Etude des ruptures prématurées dans la martensite d'alliages fer-nickel-carbone obtenue à partir d'austénite chargée ou non en hydrogène(*)

par M. A. ABDELHADI (**), Mme L. HYSPECKA (***)
J. GALLAND (***), P. AZOU (***), P. BASTIEN (***)

INTRODUCTION

Un certain nombre de travaux ont eu pour objet l'étude de la fragilité par l'hydrogène des alliages fer-nickel. Suivant Wayman et Smith (1), l'aptitude à la fragilisation des alliages Fe-Ni dépend de la teneur en fer. A mesure qu'augmente cette teneur jusqu'à 60 % environ, la probabilité de formation d'hydrures le long des limites des grains d'austénite va en diminuant, à tel point que dans le cas d'un alliage Fe-Ni ayant une teneur en fer comprise entre 50 et 60 %, il n'a pas été possible de provoquer la fragilisation par l'hydrogène pour une teneur d'environ 3 $cm^3/100$ g. Si toutefois la teneur en fer de l'alliage en question augmente pour atteindre 70 à 80 %, l'aptitude à la fragilité par l'hydrogène augmente également, ce qui est dû aux modifications cristallographiques et au changement de mécanisme de fragilisation par l'hydrogène (1) (2).

D'après Wayman et Smith (2), la différence dans l'aptitude à la fragilisation par l'hydrogène des alliages Fe — 30 % Ni et Fe — 20 % Ni serait due non pas à la formation d'hydrures, mais à une différence dans la faculté de diffusion de l'hydrogène (le coefficient de diffusion étant environ dix fois (3) plus élevé pour l'alliage Fe — 20 % Ni que pour l'alliage Fe — 30 % Ni), puisque la possibilité de diffusion de l'hydrogène affecte aussi bien la formation que la propagation des fissures.

Leurs hypothèses sur le mécanisme de fragilisation des alliages Fe — 30 % Ni et Fe — 20 % Ni tient aussi compte de l'effet produit par la différence dans l'allure de la transformation de l'austénite en martensite aciculaire dans le premier cas, et en martensite massive dans le second. L'hypothèse de Wayman et Smith (2) selon laquelle la fragilisation des alliages Fe — 30 % Ni et Fe — 20 % Ni serait due, non pas à une précipitation d'hydrures (4), mais à la transformation martensitique et à une différence dans la diffusivité de l'hydrogène, se trouve indirectement corroborée par les résultats rassemblés dans nos travaux (5) (6). Ces travaux aboutissent en effet à la conclusion que la martensite aciculaire des alliages Fe-Ni ayant une teneur en nickel comprise entre 27 et 20 %, est susceptible, à l'état récemment trempé, et dans certaines conditions de température et de vitesse de déformation, de présenter une fragilisation nette sous l'action d'une quantité de carbone suffisante, même en l'absence pratiquement totale d'hydrogène. Ces résultats étaient obtenus sur des alliages Fe-Ni à teneur en nickel comprise entre 27 et 20 % et teneur en carbone de 0,18 à 0,58 %, la température M_s restant toutefois à peu près la même, et comprise entre — 30 et — 38 °C. Wayman et Smith (2) ont montré qu'une déformation, même très lente, n'a pas entraîné de fragilité par l'hydrogène dans la martensite aciculaire à une température d'essai de — 196 °C. Nous n'avons observé, de notre part (5) (6), ni ruptures prématurées, ni ruptures différées sous l'effet du carbone à cette température. En revanche, pour des essais à des températures égales ou supérieures à — 50 °C, pour lesquelles la diffusion de carbone dans un alliage Fe-Ni-C devient possible (7), il y a eu formation de ruptures tant différées que prématurées (6), ce qui permet de penser à une certaine similitude des mécanismes de fragilisation par l'hydrogène et par le carbone. L'influence de l'hydrogène et celle du carbone sur les propriétés des alliages Fe-Ni a été entreprise (2) (5) (6). Cependant, il restait à étudier l'influence de

(*) Communication présentée aux Journées d'Automne de la Société Française de Métallurgie, Paris (octobre 1973).

(**) Vitkovice. Etablissement Sidérurgique et de Constructions Mécaniques Klement Gottwald, Entreprise Nationale, Ostrava (Tchécoslovaquie).

(***) Ecole Centrale des Arts et Manufactures, Paris.

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41548104_0019

l'hydrogène en présence de carbone sur les propriétés de la martensite aciculaire. C'est cette étude qui fait l'objet de ce travail.

MATÉRIAUX ET TECHNIQUE UTILISÉS

Les compositions chimiques des coulées d'un même alliage Fe — 23 % Ni — 0,4 % C, sont indiquées au tableau I. Les coulées ont été préparées à partir de

TABLEAU I

Compositions chimiques des différentes coulées

Alliage %	C	Mn	Si	P	S	Ni	M_s (°C)
A	0,38	0,29	0,17	0,012	0,022	23,20	-35
B	0,40	0,17	0,20	0,008	0,016	23,82	-40
C	0,40	0,44	0,49	0,015	0,015	22,68	-30

matériaux courants dans un four de 40 kg à induction à haute fréquence et élaborées en lingots de même poids. Tous les lingots ont été forgés en barreaux de 20 mm de diamètre. Ceux-ci ont été soumis à un double recuit pendant 2 heures à 1 050 °C suivi de deux refroidissements à l'eau. Ensuite, la température M_s a été déterminée pour toutes les coulées, ces valeurs étant également portées au tableau I. La martensite était dans tous les cas une martensite aciculaire, c'est-à-dire en plaquettes avec des macles internes, conformément aux résultats publiés antérieurement (5) (6) (8) (9). Seuls les barreaux provenant de la coulée B, après usinage à un diamètre de 16 mm, ont été soumis à un traitement thermique ultérieur effectué de la manière suivante : trempe de 30 minutes dans l'azote liquide (à — 196 °C) suivie d'une austénitisation à l'air à des températures de 800, 900, 1 000 et 1 100 °C pendant 2 heures et d'un refroidissement à l'eau pour obtenir différentes grosseurs de grains d'austénite. Le but de cette première transformation martensitique est de donner une structure austénitique plus homogène. A la suite du traitement indiqué, toutes les coulées possédaient à l'ambiante une structure purement austénitique, les diamètres moyens des grains d'austénite après austénitisation à 800, 900, 1 000 et 1 100 °C étant respectivement de 0,032, 0,033, 0,062 et 0,190 mm. Après ce traitement thermique nous avons également mesuré par dégazage sous vide, sous une pression résiduelle de 10^{-5} torr, les teneurs en hydrogène à 650 °C ; les quantités d'hydrogène étaient comprises entre 0,2 et 0,6 $cm^3/100$ g, valeurs égales à celles obtenues précédemment pour des coulées semblables (8).

Les barreaux ainsi usinés ont servi à faire des éprouvettes de traction sans entaille de 3 mm de diamètre ; la forme en a été décrite en détail (6). Ce n'est que dans le cas de la coulée A que la plupart des éprouvettes de traction ont été soumises au recuit de 24 heures sous une pression résiduelle de 10^{-5} torr, à 400 °C afin de réduire au minimum la teneur en hydrogène. L'analyse métallographique des éprouvettes recuites par ce procédé a cependant mis en évidence des variations de grosseur du grain d'austénite et aussi, après trempe, des plaquettes de martensite. Ainsi, par exemple, les plaquettes de martensite étaient devenues plus fines, le maximum de l'histogramme des dimensions s'étant déplacé, sous l'effet du recuit, de l'intervalle (0,060 ; 0,080 mm) à l'intervalle (0,040 ; 0,060 mm) pour les longueurs, et de (0,015 ; 0,020 mm) à (0,005 ; 0,010 mm) pour les largeurs. C'est pourquoi nous n'avons plus effectué de recuit sous vide aux autres barreaux d'essai.

Avant d'être soumises aux essais proprement dits, les éprouvettes de traction ont, toutes, subi un polissage électrolytique pour éliminer la possibilité d'une influence indésirable de la couche mince écrouie due à l'usinage de la surface de l'éprouvette, de manière à assurer un même état de surface pendant le chargement électrolytique en hydrogène (9). C'est à ce stade que sont rompues les éprouvettes à l'état austénitique non chargé en hydrogène.

Le chargement électrolytique a été appliqué aux éprouvettes à structure austénitique, c'est-à-dire avant la trempe ou l'essai de traction. L'électrolyte utilisé dans tous les cas était une solution de

$$(1\ M)\ HCl + (0{,}1\ M)\ N_2H_4\ ;$$

la densité de courant était égale à 20 mA/cm^2 (5) (9). La relation qui existe entre la quantité moyenne d'hydrogène Q_{H_2} et la durée du chargement en hydrogène a déjà été décrite en détail (10). Ces résultats sont indiqués à la figure 1 pour le chargement en hydrogène de la structure tant austénitique que martensitique d'un alliage Fe — 23,55 % Ni — 0,4 % C.

Pour étudier l'influence de l'hydrogène sur les propriétés mécaniques de l'austénite et de la martensite nous avons procédé à des essais de traction jusqu'à rupture réalisés, d'après les deux séquences suivantes :

1° A — 196 °C et à la température ambiante, sur des éprouvettes austénitiques chargées ou non en hydrogène et ayant subi une trempe intermédiaire effectuée immédiatement avant la traction. Pour atténuer la probabilité de vieillissement de la martensite, la durée entre le retrait de l'éprouvette de l'air liquide et sa mise sous contrainte jusqu'à la rupture n'a guère dépassé 5 mn.

2° A température ambiante sur des éprouvettes à structure également austénitique, préalablement chargées ou non en hydrogène, sans trempe intermédiaire, pour servir de base de comparaison.

Le chargement électrolytique en hydrogène a toujours été effectué à l'ambiante. La vitesse de déformation au cours de la traction était de $8{,}3 \times 10^{-4}\ s^{-1}$ ou de $1{,}66 \times 10^{-4}\ s^{-1}$.

Ce procédé permet de comparer les propriétés de la martensite aciculaire due à la trempe de l'austénite chargée en hydrogène (séquence 1) avec celles de la martensite d'écrouissage provenant de la déformation de l'austénite chargée en hydrogène (séquence 2).

RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

La figure 1 illustre la quantité d'hydrogène désorbé après des durées variables de chargement cathodique de l'austénite et de la martensite.

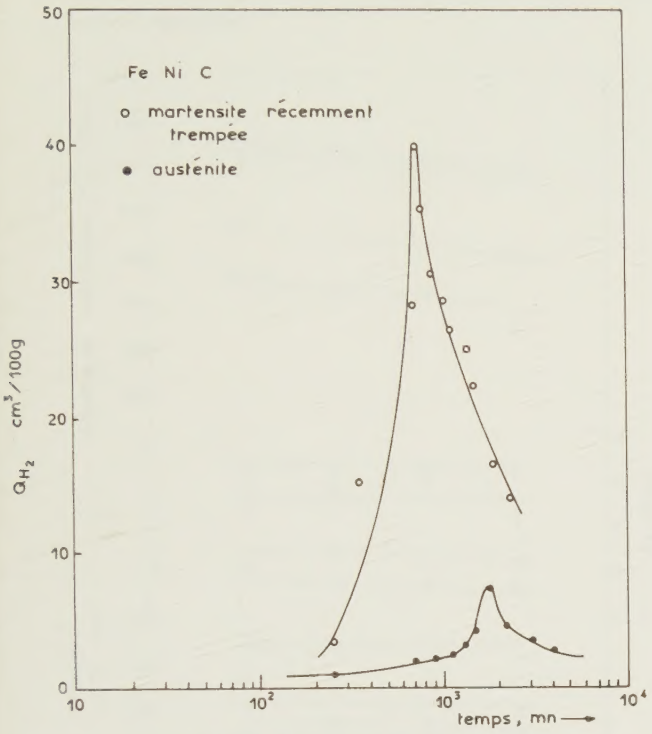


Fig. 1. — *Quantité d'hydrogène désorbée en fonction de la durée de chargement électrolytique réalisée sur des cylindres de* 3 mm *de diamètre et de* 10 mm *de hauteur.*

La figure 2 résume les résultats de la séquence 1 appliquée à la coulée A. Elle montre les relations des propriétés mécaniques de la martensite aciculaire, à l'état récemment trempé, provenant d'une austénite ayant été chargée ou non en hydrogène pendant des durées variables de 6 à 24 heures. Pour les essais de traction effectués à l'ambiante, une dégradation des caractéristiques mécaniques des éprouvettes ayant subi ou non le recuit sous vide se manifeste. Ce fait pourrait être attribué à une différence de teneur en hydrogène des éprouvettes ou encore à une modification de la finesse des plaquettes martensitiques. La deuxième hypothèse semble plus probable, compte tenu des résultats de la figure 3 qui donne les caractéristiques mécaniques en fonction de la taille de grain d'une martensite aciculaire de la coulée B provenant d'une austénite chargée ou non en hydrogène pendant 18 heures environ, les éprouvettes chargées ayant subi une trempe, intermédiaire à — 196 °C avant la traction. En effet, l'austénitisation à 800 °C, permettant de réaliser dans le cas de nos aciers la microstructure la plus fine, favorise une nette augmentation des valeurs de l'allongement et de la striction, bien qu'il ne semble pas possible de penser à une modification importante de la teneur en hydrogène en fonction de la température d'austénitisation.

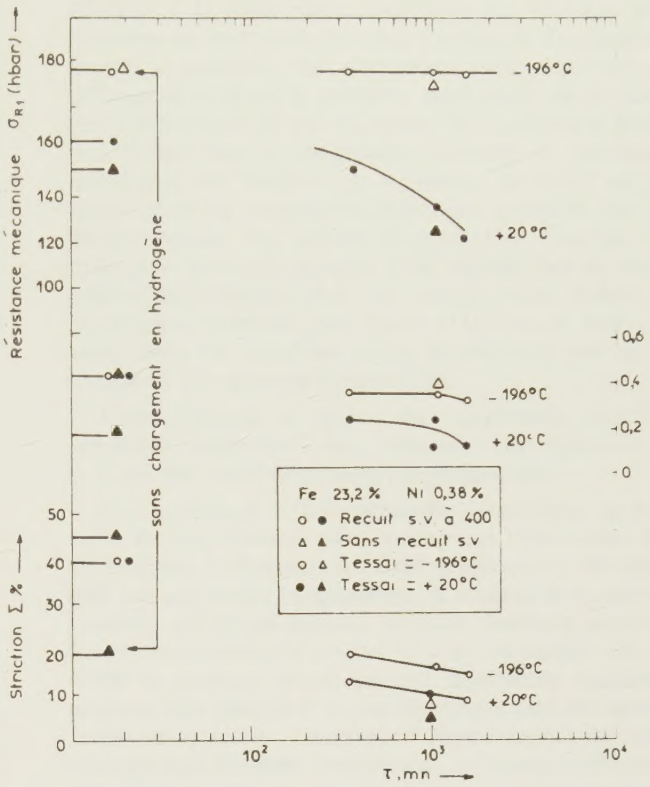


Fig. 2. — *Caractéristiques mécaniques de la martensite aciculaire récemment trempée en fonction de la durée du chargement électrolytique de l'austénite avant la trempe*

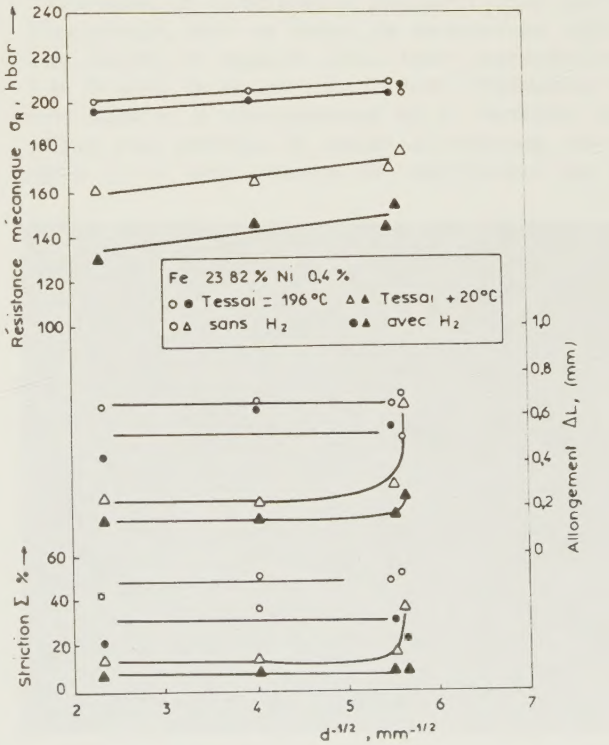


Fig. 3. — *Propriétés mécaniques de la martensite aciculaire immédiatement après trempe d'une austénite chargée ou non en hydrogène en fonction de* $d^{-1/2}$ (séquence I).

Il est à remarquer, en outre, qu'en dépit de l'égalité assurée pour les grosseurs de grains dans les deux cas de l'austénitisation à 800 °C soit 0,032 mm et à 900 °C soit 0,033 mm une différence de comportement a été pourtant constatée et l'élévation de la température d'austénitisation de 800 à 900 °C a causé une légère dégradation des propriétés mécaniques de l'austénite. La figure 4 en rend parfaitement compte. Cette manifestation physique est rattachée à un effet adoucissant provoqué par cette élévation de température dans la structure austénitique.

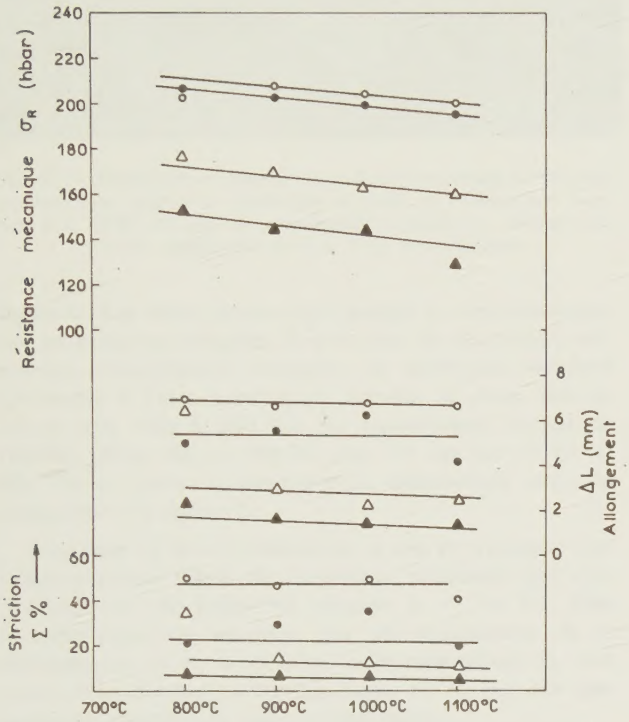


Fig. 4. — *Propriétés mécaniques de la martensite aciculaire provenant d'une austénite chargée ou non en hydrogène en fonction de la température d'austénitisation* (séquence I).

L'examen de la figure 2 permet aussi de remarquer que la valeur de la résistance mécanique des éprouvettes à structure martensitique après trempe récente, rompues à — 196 °C reste constante. Il n'a pas été observé de ruptures prématurées à cette température ; cependant, il est intéressant de souligner que la traction à — 196 °C entraîne une diminution modérée pour l'allongement, mais plus accentuée pour la striction. En revanche la traction à l'ambiante favorise une diminution des propriétés mécaniques d'autant plus marquée que la durée de l'électrolyse est importante. La rupture prématurée a été observée, dans ces conditions, pour toutes les durées de chargement.

Ces résultats sont bien en accord avec ceux obtenus antérieurement en étudiant les effets du carbone (5) (6) et de l'hydrogène (2) sur la martensite aciculaire. Toutefois, la présence simultanée dans la solution solide de la martensite aciculaire aussi bien d'atomes de carbone que d'hydrogène a pour résultat un accroissement très marqué de l'aptitude à la rupture prématurée des alliages fer-nickel à l'ambiante. La résistance mécanique n'a pas été affectée par l'hydrogène à la température d'essai de — 196 °C, tandis que l'allongement et la striction ont diminué (fig. 2). Par contre, dans le cas des essais effectués à la température ambiante, des ruptures prématurées se sont produites sous l'action de l'hydrogène, ce qui a entraîné une diminution non seulement de l'allongement et de la striction, mais aussi de la résistance mécanique. Il est intéressant de voir que la pente des droites dans le diagramme donnant la résistance mécanique en fonction de la valeur de $d^{-1/2}$ est la même pour la martensite aciculaire produite par la transformation de l'austénite aussi bien chargée en hydrogène que non chargée. Cela signifie que la diminution de l'énergie libre de surface sous l'effet de l'hydrogène supposée par Petch (11), ne se fera pas sentir dans ce cas d'une façon significative lors de la formation de ruptures prématurées.

Après ruptures, la plupart des éprouvettes dont les propriétés mécaniques sont indiquées aux figures 2, 3 et 4 ont été examinées métallographiquement.

Non seulement la microstructure, mais aussi la présence de microfissures dans le corps de l'éprouvette ont été étudiées. L'observation métallographique a été effectuée sur une coupe longitudinale. L'analyse de la microstructure n'a décelé aucune austénite résiduelle dans les éprouvettes testées à — 196 °C ; en revanche, elle a révélé la présence d'une quantité d'austénite résiduelle pouvant aller jusqu'à 8 %, au maximum dans les éprouvettes rompues à l'ambiante. Nous avons de plus constaté une quantité considérable de macles d'écrouissage dans le premier cas, mais une quantité moindre dans le second, ces macles se trouvant alors seulement au voisinage de la zone de rupture. Cependant, dans le cas de ruptures prématurées provoquées en présence d'hydrogène, les éprouvettes ne présentent pas de macles d'écrouissage, mais un réseau de microfissures affecte leur totalité, la majeure partie étant perpendiculaire à la direction de la contrainte. A titre d'illustration, on peut observer la microstructure de la martensite aciculaire avec présence de macles d'écrouissage sur la figure 5, et avec présence de microfissures sur la

Fig. 5. — *Macles mécaniques formées au cours de la traction à* — 196 °C *dans la martensite récemment trempée de l'alliage* A. (*Vitesse de déformation* = $8{,}3.10^{-4}$/s.). × 500 (*réduction de* 1/10 *à la reproduction*).

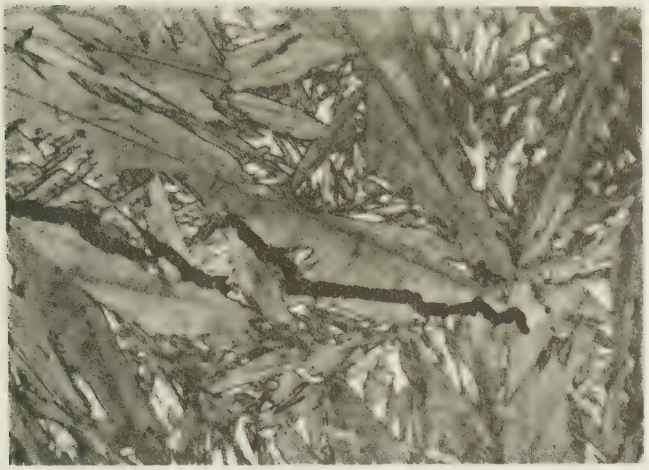


Fig. 6. — *Microfissures dans le corps d'une éprouvette à structure martensitique aciculaire récemment trempée et rompue par traction à* + 20 °C. (*Vitesse de déformation* = $8{,}3.10^{-4}$/s. *Alliage* A.). × 1 000 (*réduction de* 1/5 *à la reproduction*).

figure 6. Les deux figures représentent la microstructure des éprouvettes trempées, à structure de martensite aciculaire, préalablement chargées en hydrogène pendant 24 heures à l'état austénitique (coulée A ayant subi le recuit sous vide à 400 °C). La température d'essai de traction était de — 196 °C (fig. 5) ou de + 20 °C (fig. 6) et leurs caractéristiques mécaniques ont été indiquées à la figure 2.

L'analyse de la microstructure a mis en évidence une transformation totale de l'austénite résiduelle qui s'est produite lors de l'essai de traction à — 196 °C ; c'est le mécanisme de maclage qui est responsable de la déformation de la martensite, indépendamment du fait que la transformation martensitique ait eu lieu sur une austénite chargée ou non en hydrogène.

Les propriétés mécaniques indiquées dans le cas de la séquence d'essai 2 sont relatives à la coulée C et illustrées par le tableau II, où l'on trouve également, à titre de comparaison, celles obtenues à partir de la séquence 1. Les durées de chargement électrolytique en hydrogène des éprouvettes à structure austénitique sont les mêmes dans tous les cas, à savoir 21 heures. Une partie des éprouvettes initialement austénitique a été trempée, à — 196 °C pendant 48 heures, immédiatement après le chargement électrolytique en hydrogène, pour se transformer en martensite aciculaire, puis tractionnée à l'ambiante avec une vitesse de déformation de $16{,}6 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$. Ce procédé a provoqué l'apparition attendue de ruptures prématurées ; sur toute la coupe longitudinale des éprouvettes, des fissures de même morphologie à celle décrite pour les coulées A et B ont été observées (fig. 6). Le reste des éprouvettes a été soumis, immédiatement après le chargement électrolytique en hydrogène, à des essais de traction à la température ambiante à cette même vitesse de déformation. Si un certain taux de déformation est dépassé, la traction engendre alors l'apparition de martensite d'écrouissage, de sorte que la microstructure finale du métal consiste en un mélange d'austénite et de martensite d'écrouissage. Il n'y a cependant pas eu de formation de microfissures à l'intérieur des éprouvettes. Ce n'est qu'exceptionnellement que nous avons observé de larges fissures ayant la forme d'un V et partant de la surface comme représentée à la figure 7.

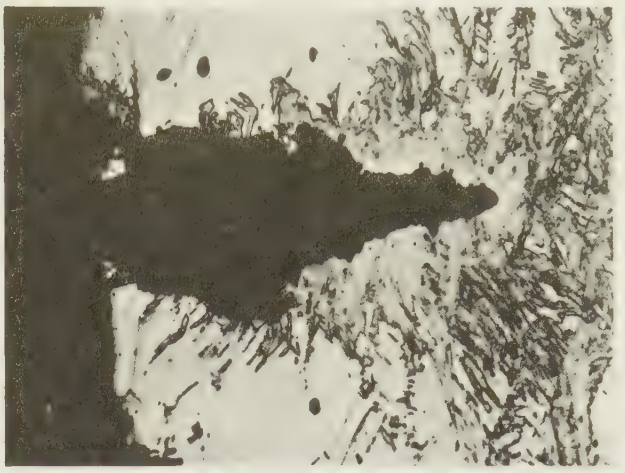


Fig. 7. — *Fissures partant de la surface de l'éprouvette et produites au cours de la traction d'une austénite chargée en hydrogène à* + 20 °C. (*Vitesse de déformation* = $7{,}66.10^{-4}$/s. *Alliage* C). *Une quantité accrue de martensite d'écrouissage est visible en tête de fissure.* × 500 (*réduction de* 1/5 *à la reproduction*).

Ces fissures ont probablement pris naissance lors de la traction dans l'austénite modérément chargée en hydrogène dans nos conditions expérimentales, mais présentant une concentration superficielle suffisante.

Si l'on effectue le même essai de traction (voir tabl. II) sur des éprouvettes d'abord chargées en hydrogène puis recuites sous vide (10^{-5} torr) à 600 °C pendant une heure à l'ambiante il n'apparaît pas de microfissures au sein du métal.

TABLEAU II

Propriétés mécaniques des éprouvettes de la coulée C *ayant subi un chargement électrolytique en hydrogène de* 21 h *à l'état austénitique et soumises à différentes séquences d'essai*

(vitesse de déformation de $16{,}6 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$)

Séquence	σ_R hbar	Δl cm	Σ %	Fréquences des fissures
−196°C/48 h, dans les 5 mn à + 20°C	132,0	0,015	10	Très nombreuses à l'intérieur et à la surface de l'éprouvette
dans les 5 mn, à + 20°C	62,8	1,560	48	Isolée, en forme de V, à la surface
Recuit sous vide /10^{-5} torr/à 600°C pendant 1 h, essayé à + 20°C	77,0	3,400	76	Aucune fissure

Il est important de noter que la quantité de martensite d'écrouissage formée à partir d'austénite non chargée en hydrogène a considérablement augmenté dans le corps des éprouvettes par rapport au cas où cette martensite

TABLEAU III

Propriétés mécaniques de la coulée B *ayant une structure initiale mixte de la martensite aciculaire et de l'austénite ; au cours d'essai de traction se forme la martensite d'écrouissage.*

Séquence d'essai	E hbar	σ_R hbar	Δl cm	Σ %	% martensite de trempe	%martensite d'écrouissage	% d'austénite	Fissures
I : 1050°C/2h/l'eau + — 50°C/30 mn + essai de traction à l'ambiante	43,6	98,4	0,80	37,9	32,5	22,5	45	aucune
II : 1050°C/2h/l'eau + chargement en hydrogène 1000 mn à 20°C + —50°C /30 mn + essai de traction à l'ambiante	39,5	90,0	0,65	28,3	26	16	58	Nombreuses à l'intérieur, à la surface en forme de V (voir fig. 1 à 5)

d'écrouissage se forme à partir d'austénite chargée en hydrogène. Ce qui conduit à penser que la présence d'hydrogène dans la solution solide d'austénite limite la transformation martensitique (12). Cela explique la diminution de la teneur en martensite d'écrouissage dans les éprouvettes chargées en hydrogène ; une telle explication est confirmée par les valeurs des caractéristiques mécaniques indiquées au tableau II. L'augmentation de la quantité de martensite d'écrouissage en tête de fissure, telle qu'on l'observe sur la figure 7, serait due à une déformation plastique accompagnant la formation et la propagation de fissures dans l'austénite.

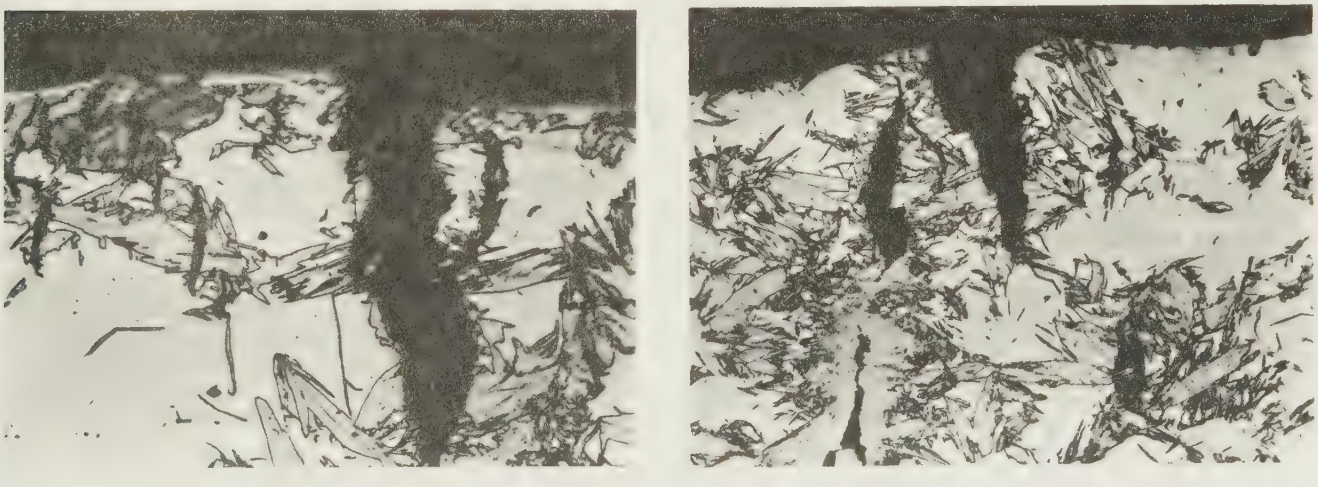
Pour s'assurer que la grosseur du grain d'austénite n'est pas responsable des changements de propriétés mécaniques, on a effectué sur la fusion B dans le cas de l'austénitisation à 1 000 °C, des essais de traction à l'ambiante sur des éprouvettes possédant la même grosseur de grain d'austénite et ayant subi ou non le chargement en hydrogène.

Dans le cas d'une éprouvette hydrogénée on a trouvé un taux de martensite d'écrouissage de 60 % tandis que dans les éprouvettes non chargées, il était de 78 %. Ceci prouve l'influence de l'hydrogène sur la formation de la martensite d'écrouissage ; l'hydrogène stabilise donc l'austénite et retarde la transformation par déformation plastique.

Enfin pour la coulée B nous avons aussi cherché à préciser l'effet stabilisant de l'hydrogène sur l'austénite.

A cet égard :

1) Trois éprouvettes ont été trempées 30 mn à — 50 °C pour obtenir de la martensite aciculaire (mar-



a) × 500 (*réduction de* 1/5 *à la reproduction*). b) × 250 (*réduction de* 1/5 *à la reproduction*).

Fig. 8. — *Microfissures superficielles et internes formées dans une structure initialement mixte de martensite aciculaire de trempe et d'austénite préalablement chargée en hydrogène puis rompue par traction à* + 20 °C. (*Vitesse de déformation* = $8{,}3.10^{-4}$/s. *Alliage* B). *Formation de martensite d'écrouissage au front de la fissure permettant sa propagation ; le taux de martensite formée par écrouissage en tête de la fissure demeure plus faible que dans le cas du métal non chargé en hydrogène* (fig. 7).

tensite de trempe), puis réchauffées à l'ambiante et tractionnées dans les 3 mn qui suivent (vitesse de déformation $8{,}3 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$) ; une analyse métallographique a été ensuite effectuée. Le taux de martensite aciculaire formée est de 33 %.

2) Trois éprouvettes ont été, à l'état austénitique, chargées en hydrogène 18 heures, puis trempées 30 mn à — 50 °C pour obtenir 26 % de martensite aciculaire (martensite de trempe), puis réchauffées à l'ambiante, tractionnées et observées dans les mêmes conditions que ci-dessus.

Les résultats de ces essais sont résumés par le tableau III et l'examen métallographique des différentes éprouvettes est illustré par l'ensemble des micrographies de la figure 8. Leur comparaison permet de déduire que le taux de martensite formée est nettement plus important dans le premier cas d'essai que dans le second, et que des microfissures superficielles et internes se sont formées dans le cas de l'essai II. Certaines débouchent à la surface. Une similitude apparaît en effet manifeste entre ces fissures et celles des figures 6 et 7.

Ces observations apportent donc un appui à l'hypothèse rendant responsable l'hydrogène de stabilisant pour l'austénite initialement métastable.

INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

L'alliage Fe-Ni-C utilisé dans cette étude possède une phase austénitique instable à l'ambiante susceptible de donner naissance, soit à la martensite aciculaire après trempe, soit à la martensite d'écrouissage lors d'un essai de traction à l'ambiante. Il justifie l'hypothèse qu'il ne se forme pas de ruptures prématurées en l'absence d'hydrogène à des températures d'essai de — 196 et + 20 °C et des vitesses de déformation de $8{,}3 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ et $16{,}6 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ (6). L'alliage choisi convenait donc bien à l'étude de l'influence de l'hydrogène en présence de carbone sur les propriétés mécaniques et surtout sur la formation de ruptures prématurées, tant dans la martensite aciculaire après trempe récente, que dans celle d'écrouissage.

Il a été montré, dans une recherche précédente (2), que la fragilité par l'hydrogène de la martensite aciculaire d'un alliage Fe — 30 % Ni était importante à la température de 20 °C mais qu'elle n'apparaissait pas du tout à celle de — 196 °C. Nous avons obtenu des résultats analogues (5), (6), (13), (14) sur l'étude de la fragilité provoquée par le carbone contenu dans la martensite aciculaire d'un alliage fer-nickel. Les valeurs des propriétés mécaniques (fig. 2, 3 et 4) montrent également qu'il n'y a pas formation de ruptures prématurées pour tous les essais à — 196 °C, même en présence simultanée de carbone et d'hydrogène réticulaire. En revanche, à la température d'essai de + 20 °C, il y a formation de ruptures prématurées pour cette teneur en carbone, quand une certaine quantité d'hydrogène est atteinte (fig. 2). A la différence des résultats obtenus par Wayman et Smith (2), des microfissures ont été trouvées non seulement aux joints des grains d'austénite initiale, mais encore aux points de contact des plaquettes de martensite, une grande partie des microfissures étant perpendiculaire à la direction de la contrainte (fig. 6). Il n'est donc pas possible d'appliquer, dans le cas présent, l'hypothèse de Wayman et Smith (2) selon laquelle la fragilité par l'hydrogène serait due à une haute concentration de contrainte, localisée uniquement aux joints de grains de l'austénite initiale. D'ailleurs, une concentration localement élevée de contraintes peut se produire au cours de la transformation martensitique non seulement aux joints des grains d'austénite initiale, mais aussi aux zones de jonction des plaquettes de martensite (15), mais il faut admettre que les contraintes les plus élevées se trouvent aux joints des grains de l'austénite, ces joints formant des obstacles à la croissance des plaquettes de martensite ; plus celles-ci sont grosses, plus l'effet est important. L'allongement et la striction se trouvent diminués, dans notre cas, par l'action de l'hydrogène à la température d'essai de — 196 °C (fig. 2, 3 et 4). Il est possible que la présence de l'hydrogène dissous dans le métal ait eu pour effet d'élever les contraintes résiduelles après la transformation martensitique. Des microfissures peuvent se former aux endroits où les concentrations de contrainte sont augmentées, mais leur propagation doit être fortement modifiée par la contrainte appliquée lors de l'essai de traction. L'influence de la température montre qu'il faut attribuer un rôle important aux processus de diffusion d'atomes de carbone et d'hydrogène et à leur interaction avec les dislocations mobiles. Il est évident que l'hydrogène affecte aussi les processus de vieillissement, statiques et dynamiques, de la martensite aciculaire des alliages Fe-Ni-C, la capacité de relaxation de contrainte diminuant considérablement sous l'action de l'hydrogène, ce qui facilite la formation et la propagation de microfissures.

Il est intéressant de remarquer qu'il n'y a pas eu d'apparition de microfissures pour les essais à + 20 °C dans les éprouvettes où apparaît la martensite d'écrouissage (tabl. II). Ce fait est relié à la différence de morphologie entre la martensite d'écrouissage d'une part et la martensite aciculaire d'autre part. L'objection que l'on pourrait soulever, qu'il se trouve de grandes quantités d'austénite résiduelle dans les éprouvettes (fig. 7), ne serait pas justifiée, puisque, comme il a été montré précédemment, des microfissures ont pu se former dans la martensite aciculaire même en présence de 70 % d'austénite résiduelle (13).

L'interprétation des résultats aboutit ainsi à la conclusion que la martensite aciculaire des alliages Fe-Ni-C devient très fragile sous l'action de l'hydrogène, ce qui doit être attribué à l'influence qu'il exerce non seulement sur la transformation de l'austénite en martensite, mais aussi sur les processus de vieillissement, statiques et dynamiques.

CONCLUSION

Cette étude met en évidence les effets produits par l'hydrogène en présence de carbone dans la matrice austénitique sur les propriétés mécaniques de la martensite aciculaire et sur le processus de formation de la martensite d'écrouissage. Des essais de traction à faible vitesse ont été effectués à des températures de — 196 et + 20 °C. Il n'y a pas eu d'apparition de ruptures prématurées à — 196 °C ; en revanche, à + 20 °C, des ruptures prématurées ont pris naissance, mais seulement en présence de carbone et d'hydrogène dans la martensite aciculaire. Dans le métal dans lequel se sont formées des ruptures prématurées, des microfissures ont également été observées généralement, perpendiculaires à la direction de contrainte. Ni rupture prématurée ni microfissure interne n'ont été observées dans les éprouvettes dans lesquelles une transformation martensitique s'est produite lors des essais de traction de l'austénite chargée en hydrogène, c'est-à-dire où de la martensite d'écrouissage s'est formée en cours d'essai.

Cependant on a constaté des microfissures superficielles au cours de l'essai de traction, sous l'action simultanée de la contrainte et de l'hydrogène préalablement introduit au cours de l'électrolyse.

L'interprétation des résultats permet d'affirmer que la formation et la propagation de microfissures sous l'action simultanée de l'hydrogène et du carbone est due aussi bien aux processus de la transformation martensitique qu'à ceux du vieillissement, statique ou dynamique, de la martensite récemment trempée soumise à des contraintes de traction.

Remerciements

Nous tenons à remercier l'Institut de Recherches de la Sidérurgie Française qui nous a aidés à réaliser cette étude.

BIBLIOGRAPHIE

(1) M. L. Wayman, G. C. Smith. — *Acta Met.*, **19** (mars 1971), 227.

(2) M. L. Wayman, G. C. Smith. — *Metallurg. Trans.*, **1** (mai 1970), 1189.

(3) J. O. Bokris. — On hydrogen damage and the electrical properties of interface. Colloque international de corrosion sous tension et de fragilisation par l'hydrogène des alliages à base de fer. Juin 1973. Unieux-Firminy (Creusot-Loire), preprint C. 6.

(4) M. Smialovski. — Mécanique. Janvier 1969.

(5) L. Hyspecka, J. Galland, J. Plusquellec, P. Azou, P. Bastien. — *Mém. Sci. Rev. Mét.*, **68**, n° 7-8 (1971), 471.

(6) L. Hyspecka, P. Pahuta, K. Mazanec. — *Mém. Sci. Rev. Mét.*, **63**, n° 3 (1966), 27.

(7) P. G. Winchel, M. Cohen. — *Trans. ASM*, **55** (1962), 347.

(8) L. Hyspecka, J. Galland, J. Plusquellec, P. Azou, P. Bastien. — *Mém. Sci. Rev. Mét.*, **69**, n° 5 (1972), 359.

(9) J. Galland. — Absorption de l'hydrogène dans les aciers. Pénétration cathodique et conséquences mécaniques. C.N.R.S., A.O. 2487 (1968), Paris.

(10) L. Hyspecka, A. Abdelhadi, J. Galland, P. Azou, P. Bastien. — Ruptures différées et ruptures prématurées dans les alliages martensitiques Fe-Ni-C.

(11) N. Y. Petch. — *Phil. Mag.*, **1** (1956), 331.

(12) A. Million, C. Million. — L'hydrogène dans les aciers et dans les joints soudés. Dunod, Paris (1971), 79.

(13) L. Hyspecka, K. Mazanec. — *Arch. Eisenhüttenw.*, **41**, n° 4, (1970), 339.

(14) L. Hyspecka, A. Abdelhadi, J. Galland. — Congrès de l'hydrogène dans les métaux, Paris (1972). Ed. Sciences et Industries, 267-271.

(15) A. R. Marder, A. O. Benscotter. — *Trans. ASM*. **61** (1968), 293.

DISCUSSION

M. Brill. — Quel est le but de la double austénitisation à 1 050 °C avec trempe à l'eau ?

M. Abdelhadi. — Le but est l'homogénéisation du grain.

M. Brill. — Quelles sont les méthodes pour écarter la fragilisation par l'hydrogène ?

M. Abdelhadi. — On utilise le recuit des éprouvettes à 600 °C pendant 24 heures.

M. Lehr (C.E.C.M., Vitry-sur-Seine). — Avez-vous déterminé la température M_s de votre acier ? Par quelle méthode ?

M. Abdelhadi. — Nous avons bien déterminé la température M_s de nos trois aciers. Elle est de — 35 °C pour A, — 40 °C pour B et — 30 °C pour C. Le point M_s a été déterminé métallographiquement.

M. Lehr. — Quelle est l'influence de l'hydrogène sur le point M_s ?

M. Abdelhadi. — En solution solide d'austénite métastable, la présence d'hydrogène limite la transformation martensitique ultérieure. Cet hydrogène diminue d'environ 10 °C la température M_s pour les trois alliages étudiés.

M. Lehr. — Comment avez-vous déterminé la proportion de martensite formée dans chaque cas de traitement ?

M. Abdelhadi. — Le taux de martensite formée dans chaque cas de traitement est déterminé par comptage linéaire après attaque convenable de la structure.